

Family list

5 family members for: **JP2001035659**
Derived from 4 applications

- 1 ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT AND ITS MANUFACTURE**
Inventor: OTSUKI SHIGEYOSHI; FUKUZAWA SHINICHI
EC: H01L51/52C; H05B33/04
IPC: H01L51/50; H01L51/52; H05B33/04 (+11)
Applicant: NIPPON ELECTRIC CO
Publication info: **JP2001035659 A** - 2001-02-09
- 2 ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT AND ITS MANUFACTURE**
Inventor: FUKUZAWA SHINICHI; OTSUKI SHIGEYOSHI
EC: H01L51/52C; H05B33/04
IPC: H01L51/50; H01L51/52; H05B33/04 (+9)
Applicant: NIPPON ELECTRIC CO
Publication info: **KR20010039723 A** - 2001-05-15
- 3 Organic electroluminescent device and method for fabricating same**
Inventor: OTSUKI SHIGEYOSHI (JP); FUKUZAWA SHINICHI (JP)
EC: H01L51/52C; H05B33/04
IPC: H01L51/50; H01L51/52; H05B33/04 (+9)
Applicant: NIPPON ELECTRIC CO (JP)
Publication info: **US6737176 B1** - 2004-05-18
- 4 Organic electroluminescent device and method for fabricating same**
Inventor: OTSUKI SHIGEYOSHI (JP); FUKUZAWA SHINICHI (JP)
EC: H01L51/52C; H05B33/04
IPC: H01L51/52; H05B33/04; H01L51/50 (+3)
Applicant:
Publication info: **US7083866 B2** - 2006-08-01
US2004263075 A1 - 2004-12-30

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT AND ITS MANUFACTURE

Patent number: JP2001035659
Publication date: 2001-02-09
Inventor: OTSUKI SHIGEYOSHI; FUKUZAWA SHINICHI
Applicant: NIPPON ELECTRIC CO
Classification:
- international: H01L51/50; H01L51/52; H05B33/04; H05B33/10;
H05B33/12; H05B33/14; H01L51/50; H05B33/04;
H05B33/10; H05B33/12; H05B33/14; (IPC1-7):
H05B33/14; H05B33/04; H05B33/10
- european: H01L51/52C; H05B33/04
Application number: JP19990202314 19990715
Priority number(s): JP19990202314 19990715

Also published as:

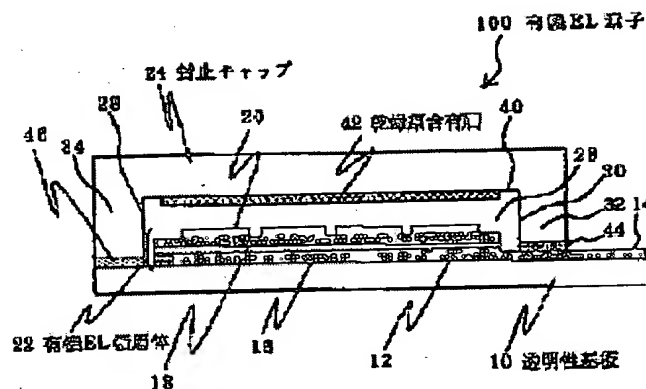
US6737176 (B)

Report a data error he

Abstract of JP2001035659

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an organic electroluminescent element allowing the use of a great amount of various desiccants for superior long-term moisture resistance and, in particular, less existence of dark spots.

SOLUTION: This element 100 comprises an organic electroluminescent laminate 22 having an organic luminous layer 18 sandwiched between an anode 12 and a cathode 20 and sealed by a sealing cap 24. A desiccant contained layer 42 is formed on the inner face 40 of the sealing cap 24.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-35659
(P2001-35659A)

(43) 公開日 平成13年2月9日 (2001.2.9)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	A 3 K 0 0 7
33/04		33/04	
33/10		33/10	

審査請求 有 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-202314

(22) 出願日 平成11年7月15日 (1999.7.15)

(71) 出願人 000004237
日本電気株式会社
東京都港区芝五丁目7番1号

(72) 発明者 大槻 重義
東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社社内

(72) 発明者 福沢 真一
東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社社内

(74) 代理人 100086759
弁理士 渡辺 喜平

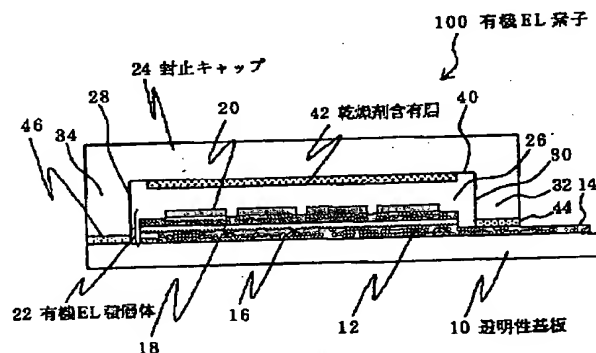
Fターム (参考) 3K007 AB00 AB13 AB18 BB01 BB04
BB05 CA01 CA05 CB01 CC05
DA00 DB03 EB00 FA01 FA02

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネセント素子およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 長期耐湿性に優れた有機EL素子およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 有機発光層18を陽極12および陰極20で挟んでなる有機エレクトロルミネセント積層体22を、透明性基板10および封止キャップ24にて封止した有機エレクトロルミネセント素子100において、封止キャップの内面40に、乾燥剤含有層42を形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機発光層を陽極および陰極で挟んでなる有機エレクトロルミネセント積層体を、透明性基板および封止キャップにて封止した有機エレクトロルミネセント素子において、

前記封止キャップの内面に、乾燥剤含有層を形成してあることを特徴とする有機エレクトロルミネセント素子。

【請求項2】 前記乾燥剤含有層に、接着剤を含むことを特徴とする請求項1に記載の有機エレクトロルミネセント素子。

【請求項3】 前記乾燥剤含有層に、光硬化性樹脂を含むことを特徴とする請求項1または2に記載の有機エレクトロルミネセント素子。

【請求項4】 前記乾燥剤含有層に含まれる乾燥剤が、五酸化リン (P_4O_{10})、酸化バリウム (BaO)、酸化マグネシウム (MgO)、酸化カルシウム (CaO) およびアルミナ (Al_2O_3) からなる群から選択される少なくとも一つの化合物であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネセント素子。

【請求項5】 有機発光層を陽極および陰極で挟んでなる有機エレクトロルミネセント積層体を、透明性基板および封止キャップにて封止する有機エレクトロルミネセント素子の製造方法において、前記有機エレクトロルミネセント積層体を形成する工程と、前記封止キャップの内面に、乾燥剤含有層を形成する工程と、前記有機エレクトロルミネセント積層体を封止する工程と、を含むことを特徴とする有機エレクトロルミネセント素子の製造方法。

【請求項6】 前記乾燥剤含有層を形成する工程の前に、前記封止キャップの内面に凹凸加工する工程を含むことを特徴とする請求項5に記載の有機エレクトロルミネセント素子の製造方法。

【請求項7】 前記乾燥剤含有層を形成する工程において、前記封止キャップの内面に乾燥剤含有層を接着させることを特徴とする請求項5または6に記載の有機エレクトロルミネセント素子の製造方法。

【請求項8】 前記乾燥剤含有層を形成する工程と、前記有機エレクトロルミネセント積層体を封止する工程とを同時に実施することを特徴とする請求項5～7のいずれか一項に記載の有機エレクトロルミネセント素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、有機エレクトロルミネセント素子(以下、有機EL素子と省略する場合がある。)およびその製造方法に関し、より詳細には、長

期耐湿性に優れた有機EL素子およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、平面ディスプレイ等の分野において、陽極と陰極との間に有機発光層を挟持して構成された有機EL素子が提案されており、その応用研究が盛んに行われている。しかしながら、かかる有機EL素子は、周囲に存在する水分の影響を受けやすく、耐湿性に乏しいという問題が見られた。すなわち、発光層と電極との界面に水分が浸入することにより、電子の注入が妨げられて、未発光領域としてのダークスポットが発生したり、電極が腐食する現象が見られた。

【0003】そこで、特開平10-312883号公報には、熱可塑性樹脂からなるバッファ層および無機材料からなるバリア層で被覆した有機EL素子が開示されている。しかしながら、有機EL素子をこのようなバッファ層やバリア層で被覆したとしても、これらの層と有機EL素子との界面からの水分の浸入を十分に排除することができず、また、有機EL素子が大型化したり、あるいは保護層に起因した応力が加わり、その結果、有機EL素子の発光効率が低下したり、場合によっては有機EL素子が破壊されるという問題点が見られた。

【0004】また、特開平10-275679号公報には、吸湿性の多孔質層、例えば、 SiO_2 層、 TiO_2 層、あるいはゼオライト層等を有する封止ガラスで封止した有機EL素子が開示されている。しかしながら、多孔質層による水分の吸収は、物理吸着のみを利用して、水分の影響を十分に排除することができず、また、多孔質層の面積が、封止ガラスの内壁面積で制限されるため、長期間にわたって水分の影響を排除することが困難であった。

【0005】さらに、特開平9-148066号公報には、吸湿しても固体状態を維持する乾燥剤を、封止缶内に粘着剤を用いて固定した有機EL素子が開示されている。しかしながら、粘着剤を用いて固定可能な乾燥剤の使用量は、封止缶内壁の面積によって制限されるため、使用量が過度に制限され、長期間にわたって水分の影響を排除することが困難であった。また、使用可能な乾燥剤が、吸湿しても固体状態を保持可能なものに限定されるため、吸湿性の高い乾燥剤、例えば潮解性の乾燥剤を使用することが困難であるという問題点も見られた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 このような状況下、発明者らは鋭意検討した結果、封止キャップの内面に乾燥剤含有層を形成させることにより、上述した問題を解決できることを見出し、本発明を完成させたものである。すなわち、乾燥剤含有層に多量に乾燥剤を含有させることができるため、封止キャップと透明性基板との界面を伝わって浸入してくる水分の影響を長期間にわたって排除することができ、しかも乾燥剤全体を露出させずに、

乾燥剤含有層内に留めた構造となっているため、いずれの種類の乾燥剤も使用できるものである。

【0007】よって、本発明の目的は、種々の乾燥剤を多量に使用することを可能とし、長期耐湿性に優れ、特にダークスポットの発生が少ない有機EL素子を提供することにある。また、本発明の別の目的は、このような長期耐湿性に優れた有機EL素子を効率的に製造することができる有機EL素子の製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、有機発光層を陽極および陰極で挟んでなる有機EL積層体を、透明性基板および封止キャップにて封止した有機EL素子であって、封止キャップの内面に、乾燥剤含有層を形成したことを特徴としている。このように構成することにより、乾燥剤含有層を有機EL素子内部に形成させることができ、結果として有機EL素子の耐湿性の長期化を図ることができる。

【0009】また、本発明の有機EL素子を構成するにあたり、乾燥剤含有層に、接着剤を含むことが好ましい。このように構成することにより、種々の乾燥剤を多量に含有した構造を持つ乾燥剤含有層を形成することができる。

【0010】また、本発明の有機EL素子を構成するにあたり、乾燥剤含有層に、光硬化性樹脂を含むことが好ましい。このように構成することにより、光硬化性樹脂の架橋により強固に硬化、あるいは接着する乾燥剤含有層を形成することができる。

【0011】また、本発明の有機EL素子を構成するにあたり、乾燥剤含有層に含まれる乾燥剤が、五酸化リン(P_4O_{10})、酸化バリウム(BaO)、酸化マグネシウム(MgO)、酸化カルシウム(CaO)およびアルミナ(Al_2O_3)からなる群から選択される少なくとも一つの化合物であることが好ましい。このように構成することにより、有機EL素子に長期耐湿性を付与する乾燥剤含有層を形成することができる。

【0012】また、本発明の別の態様は、有機発光層を陽極および陰極で挟んでなる有機EL積層体を、透明性基板および封止キャップにて封止する有機EL素子の製造方法であり、有機EL積層体を形成する工程と、封止キャップの内面に、乾燥剤含有層を形成する工程と、有機EL積層体を封止する工程とを含むことを特徴としている。このように実施することにより、長期耐湿性に優れた有機EL素子を効率的にしかも有機EL積層体に悪影響を与えることなく製造することができる。

【0013】また、本発明の有機EL素子の製造方法を実施するにあたり、乾燥剤含有層を形成する工程の前に、封止キャップの内面に凹凸加工する工程を含むことが好ましい。このように実施することにより、形成された凹凸に対して乾燥剤含有層等が強固に接着するため剥

離しにくくなり、また、かかる凹凸に乾燥剤含有層が追随することでその表面積を増大させ、結果として乾燥剤含有層の吸湿性の向上を図ることもできる。

【0014】また、本発明の有機EL素子の製造方法を実施するにあたり、乾燥剤含有層を形成する工程において、封止キャップの内面に乾燥剤含有層を接着させることが好ましい。このように、予めシート状となった乾燥剤含有層を使用することで、製造コスト削減や製造の効率化等を図ることができる。

【0015】また、本発明の有機EL素子の製造方法を実施するにあたり、乾燥剤含有層を形成する工程と、有機EL積層体を封止する工程とを同時に実施することが好ましい。このように実施することにより、これらの工程を一度に行なうため、製造の効率化や製造コスト削減等を図ることができる。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明における有機EL素子に関する第1～3の実施形態、および有機EL素子の製造方法に関する第4の実施形態をそれぞれ具体的に説明する。

【0017】〔第1の実施形態〕第1の実施形態は、図1に示すように有機発光層18および正孔輸送層16を、陽極12および陰極20で挟んでなる有機EL積層体22を、透明性基板10および封止キャップ24にて封止した有機EL素子100であって、封止キャップ24の内面40に、乾燥剤含有層42を形成してあることを特徴としている。

【0018】(1) 透明性基板

第1の実施形態で使用される透明性基板は、有機EL積層体を支持するとともに、有機EL積層体の発光を外部に取り出すことができ、さらには外気を遮断することができるものであれば特に限定されるものではないが、光透過性、有機EL素子の安定性、耐久性等が良好なことから、ガラス基板や透明ポリマー基板であることが好ましい。

【0019】(2) 電極

第1の実施形態における電極のうち、少なくとも陽極は、有機EL積層体の発光を外部に効率的に取り出すことができるように光透過性が良好であることが好ましい。したがって、陽極を、酸化インジウムスズ化合物(ITO)等からなる透明電極、あるいは金などの半透明電極とすることが好ましい。

【0020】また、図1に示す陽極12における外部電気回路との接続部14には、低抵抗化するために、アルミニウム、ニッケル、クロム、金、銀等の一種または二種以上の金属からなるメッキ部を設けることも好ましい。さらに、陽極の厚さを、有機EL積層体の発光を外部に効率的に取り出すことができ、しかも、製造が容易なことから、100～200nmの範囲内の値とすることが好ましい。

【0021】一方、陰極は、電子が注入しやすく、かつ安定性に優れた材質であれば特に限定されるものではないが、例えば、マグネシウム、銀、アルミニウム、銀とリチウムとの合金、マグネシウムと銀との合金、アルミニウムとリチウムとの合金等を使用することが好ましい。また、陰極の厚さを陽極の厚さと同様に、100～200nmの範囲内の値とすることが好ましい。

【0022】(3) 有機発光層

有機発光層としては、所定の電圧を印加することにより発光する蛍光性有機物質を含有するものであれば特に限定されるものではないが、例えば、キノリノール錯体、オキサゾール錯体、各種レーザー色素、ポリパラフェニレンビニレン等が挙げられる。また、これらの化合物のうち、特に発光効率が優れていることから、トリス(8-キノリノール)アルミニウム錯体(以下Alq₃と称する。)を使用することが好ましい。

【0023】(4) 正孔輸送層等

正孔輸送層は、電極から注入された正孔を有機発光層に効率的に輸送する機能を有し、有機EL積層体の発光効率を向上させるために設けることが好ましい。このような正孔輸送層としては、有機発光層からの発光を効率的に透過させるものであれば特に限定されるものではないが、例えば、テトラフェニルベンジジンやN,N'-ジフェニル-N,N'-ビス(α-ナフチル)-1,1'-ビフェニル-4,4'-ジアミン(以下α-NPDと称する。)等の材料から構成するのが好ましい。なお、図示しないが、正孔輸送層以外に、例えば、有機発光層および陰極との間に電子注入層や電子輸送層を形成したり、あるいは、有機発光層および陽極との間に正孔注入層等を形成することも好ましい。例えば、電子輸送層を形成する場合、キノリノール錯体、オキサゾール錯体、トリアゾール錯体、ベンゾキノリノール錯体等が好適に使用できる。

【0024】(5) 封止キャップ

第1の実施形態において、封止キャップの材質や形態は、外気を効率的に遮断することができる限り特に限定されるものではない。ただし、封止キャップの内面に凹凸加工をする際の加工性、乾燥剤含有層および封止剤等との接着性、有機EL素子の安定性や耐久性等がそれぞれ良好となることから、ガラスやポリマー等を使用することが好ましい。また、封止キャップは、有機EL積層体を完全に封止するとともに容易に放熱できるように、その内部に、有機EL積層体の例えば1.5～10倍の容積を有する直方体状の空洞を有することが好ましい。

【0025】(6) 乾燥剤含有層

乾燥剤含有層は、乾燥剤と樹脂を含んで層状に構成されており、乾燥剤全体が露出したものでなければ良い。したがって、乾燥剤を樹脂中に混合分散して構成しても良く、あるいは、複数の乾燥剤層と樹脂層とをそれぞれ重ね合わせて構成しても良い。

【0026】ここで、乾燥剤の種類は特に制限されるも

のでないが、例えば、酸化物、ハロゲン化物、硫酸塩、過塩素酸塩、炭酸塩、有機物等の一種単独または二種以上の組合わせが挙げられる。より具体的には、五酸化リン(P₂O₅)、酸化バリウム(BaO)、酸化マグネシウム(MgO)、酸化カルシウム(CaO)、アルミナ(Al₂O₃)等が好ましい。中でも、五酸化リンは、例えば、酸化バリウムに比べて35倍もの高い吸水能力があるため、少量の使用で長期耐湿性が得られることから好ましい。また、吸湿性をより向上させ、潮解性の乾燥剤を使用した場合であっても効率的に漏出防止できることから、乾燥剤が粒子状であって、乾燥剤含有層に均一に分散してあることが好ましい。この場合、乾燥剤の平均粒径を20μm以下の値とするのが好ましく、より好ましくは、0.1～10μmの範囲内の値とすることである。

【0027】また、樹脂の種類についても特に制限されるものでないが、例えば、塩化ビニル系樹脂、フェノール系樹脂、シリコン系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリエステル系樹脂、ウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、オレフィン系樹脂等の一種単独または二種以上の組合わせが挙げられる。また、これらの樹脂のうち、接着機能を有する樹脂、すなわち接着剤を使用することがより好ましい。このように接着剤を使用することにより、乾燥剤含有層を封止キャップの内面に容易に設けることができる。

【0028】また、上述した樹脂中に、光硬化性樹脂を含有することが好ましい。このように光硬化性樹脂を使用して、光硬化させることにより、乾燥剤含有層を封止キャップの内面に極めて短時間で設けることができ、製造時間の短縮を図ることができる。このような光硬化性樹脂としては、シリコン系樹脂、エポキシ系樹脂、アクリル系樹脂、ポリブタジエン系樹脂、酢酸ビニル系樹脂等の一種単独または二種以上の組合わせが挙げられるが、特に、吸湿性(透湿性)が高いことから、ポリブタジエン系光硬化性樹脂や酢酸ビニル系光硬化性樹脂が好ましい。

【0029】次に、乾燥剤含有層における乾燥剤の樹脂に対する混合比率について説明する。かかる混合比率は有機EL素子の長期耐湿性等を考慮して定めることができるが、例えば、重量比で1:100～100:1の範囲内の値とすることが好ましい。この理由は、乾燥剤の混合比率が1:100未満の値となると、有機EL素子の長期耐湿性等が低下する場合があるためであり、一方、100:1を超えると、乾燥剤含有層の形成が困難となる場合があるためである。

【0030】したがって、有機EL素子の長期耐湿性等と、乾燥剤含有層の形成性とのバランスがより良好となることから、乾燥剤と樹脂との混合比率を、重量比で1:10～10:1の範囲内の値とすることがより好ましく、1:5～5:1の範囲内の値とすることがさらに

好ましい。

【0031】次に、乾燥剤含有層の厚さについて説明する。かかる厚さは有機EL素子の長期耐湿性等を考慮して定めることができるが、例えば、 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$ の範囲内の値とすることが好ましい。この理由は、乾燥剤含有層の厚さが $0.1 \mu\text{m}$ 未満の値となると、有機EL素子の長期耐湿性等が低下する場合があるためであり、一方、 $1000 \mu\text{m}$ を超えると、乾燥剤含有層の形成が困難となる場合があるためである。

【0032】したがって、有機EL素子の長期耐湿性等と、乾燥剤含有層の形成性とのバランスがより良好となることから、乾燥剤含有層の厚さを、 $1 \sim 100 \mu\text{m}$ の範囲内の値とすることがより好ましく、 $5 \sim 50 \mu\text{m}$ の範囲内の値とすることがさらに好ましい。

【0033】その他、乾燥剤含有層の表面に非乾燥剤含有層を全面的、あるいは部分的に設けることが好ましい。このように構成すると、潮解性を示す乾燥剤を使用した場合にも、潮解した乾燥剤が乾燥剤含有層から漏出するのを有効に防止することができ、しかも、物理吸着する乾燥剤を使用したした場合にも、一度吸着した水分が再放出するのを有効に防止することができる。

【0034】また、このような非乾燥剤含有層は、乾燥剤含有層に用いられている樹脂と同様の樹脂から形成するのが好ましく、その厚さを、例えば、 $0.1 \sim 100 \mu\text{m}$ の範囲内の値とすることがより好ましい。

【0035】なお、第1の実施形態では、図1に示すように、乾燥剤含有層42を陰極20の上方に設けてあるが、封止キャップ24の内面の側壁部分28、30にも設けることがより好ましい。このように乾燥剤含有層を複数箇所に設けることにより、封止キャップ24と透明性基板10等との界面から浸入してくる水分をより効果的に吸収することができる。

【0036】〔第2の実施形態〕本発明における第2の実施形態は、第1の実施形態の変形例であり、図2に示すように、有機発光層18および正孔輸送層16を、陽極12および陰極20で挟んでなる有機EL積層体22を、透明性基板10および封止キャップ24にて封止した有機EL素子200であって、封止キャップ24の内面50に、凹凸52が設けてあり、そこに乾燥剤含有層54を形成してあることを特徴とする。

【0037】封止キャップ内面に設けた凹凸は、いわゆるアンカー効果を発揮し、乾燥剤含有層を封止キャップ内面に強固に接着させることができる。また、かかる凹凸に対して、乾燥剤含有層が容易に追従することができるため、乾燥剤含有層の表面積を増大させ、結果として吸湿性の向上を図ることもできる。以下、第1の実施形態と異なる凹凸52について中心的に説明する。

【0038】本発明において封止キャップ内面に施される凹凸は、上記の機能を有するが、その形状等について特に限定されるものではないが、具体的には後述す

る凹凸加工法によって形成される微細な凹凸が好ましい。

【0039】また、封止キャップ内面に施す凹凸の位置も、乾燥剤含有層が積層される位置と重なるものであれば、特に限定されるものではない。さらに、透明性基板等との接着する位置においても封止をより確実にこなうため凹凸を施すことも好ましい。

【0040】また、凹凸の形成方法についても、例えば、封止キャップ成形時に同時に施す方法、あるいは、封止キャップ成形後に別工程で施す方法等が挙げられるが、それぞれの方法で施された凹凸が有効にその機能を発揮できるのであれば、特に限定されるものではない。

【0041】〔第3の実施形態〕本発明における第3の実施形態は、第1の実施形態の変形例であり、図3に示すように、有機発光層18および正孔輸送層16を、陽極12および陰極20で挟んでなる有機EL積層体22を、透明性基板10および封止キャップ24にて封止した有機EL素子300であって、封止キャップ24の内面68に、乾燥剤含有層62を接着剤60を用いて積層してあることを特徴としている。

【0042】このように予めシート状となった乾燥剤含有層を用いることにより、製造工程の効率化、あるいは、乾燥剤含有層を別工程で一度に多量に作成することによる低コスト化等を図ることができる。以下、第1の実施形態と異なる乾燥剤含有層62および接着剤60について中心的に説明する。

【0043】(1) 乾燥剤含有層

第3の実施の形態において使用される乾燥剤含有層は、上述した乾燥剤含有層と同様の機能を有し、かつ、シート状に形成する際の製造効率等に支障をきたさないものであれば、特に限定されるものではなく、第1の実施の形態において述べた具体的な乾燥剤含有層が好適に使用できる。

【0044】(2) 接着剤

第3の実施の形態において使用される接着剤は、乾燥剤含有層と封止キャップとを良好に接着させる機能を有するものであれば、特に限定されるものではない。ここで好適に使用できる具体的な接着剤としては、塩化ビニル系樹脂、フェノール系樹脂、シリコン系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリエステル系樹脂、ウレタン系樹脂、アクリル系樹脂、ポリブタジエン系樹脂、酢酸ビニル系樹脂等の一種単独または二種以上の組み合わせからなる接着機能を有する樹脂等が挙げられる。

【0045】また、製造の効率化等を図る理由から、さらに好適に使用できる接着剤として、上記の樹脂の中で光硬化性を有し、かつ封止剤と同様の光硬化性樹脂が挙げられる。

【0046】また、乾燥剤含有層を封止キャップ内面に接着させることを容易にするため、あるいは、乾燥剤含有層の吸湿能力が減少した時に交換可能にすることがで

きるようにするため、特定条件において再剥離性を有する接着剤を使用することも好ましい。

【0047】また、かかる接着剤を塗布する位置、および、方法についても特に限定されるものではないが、シート状の乾燥剤含有層の一方の面に接着剤を塗布し、しかる後に封止キャップ内面に接着させることが、製造の効率化等を図る点で好ましい。

【0048】さらに、かかる接着剤の使用量についても、使用する接着剤の種類、あるいは、封止キャップの大きさ等によって一概にはいえないが、例えば、硬化した接着剤が乾燥剤含有層と封止キャップ内面との間に層を形成した場合、その層の厚さは1~100 μ mの範囲内の値となるように使用することが好ましい。

【0049】〔第4の実施形態〕本発明における第4の実施形態は、有機発光層を陽極および陰極で挟んでなる有機EL積層体を、透明性基板および封止キャップにて封止した有機EL素子の製造方法であり、以下の工程を含んでいる。

(1) 有機EL積層体を形成する工程

(2) 封止キャップの内面に、乾燥剤含有層を形成する工程

(3) 有機EL積層体を封止する工程

なお、第4の実施形態において、有機EL素子の構成等については、第1~3の実施形態と同様の内容とすることができるため、ここでの説明は省略する。

【0050】(1) 有機EL積層体の形成工程

有機EL積層体を形成するにあたり、陽極を透明性基板上に形成することが好ましい。例えば、酸化インジウムスズ化合物(ITO)から陽極を構成する場合、透明性基板を洗浄した後、この透明性基板上にスパッタ法にて全面的にITO膜を形成し、次いで、フォトリソグラフィ技術を用いて所定のパターンにパターニングすることによって形成することができる。

【0051】次に、陽極上に、正孔輸送層、有機発光層および陰極を順次に、真空蒸着法を用いて形成することにより、有機EL積層体を形成することができる。なお、真空蒸着法を用いる際に、所定箇所以外には製膜されないように、例えばメタルマスクでマスクングした上で実施するのが好ましい。

【0052】(2) 封止キャップの内面に乾燥剤含有層を形成する工程

乾燥剤含有層を形成するに先立ち、封止キャップを作成することが好ましい。その作成方法は、特に限定されるものではないが、例えば、ガラスを使用した場合、ガラスの熔融温度あるいはガラス転移点以上の温度に加熱して成型する方法や、ガラスを化学エッチングする方法を採ることができる。

【0053】次いで、得られた封止キャップの内面に、さらに凹凸加工を施すことが好ましい。このような凹凸加工方法としては、例えば、サンドブラスト法やエッチ

ング法を採ることが好ましい。サンドブラスト法は、例えば、封止キャップの内面に、アルミパウダー等の金属粒子、砂、その他の研磨粒子材を吹き付け、封止キャップの内面に微細な凹凸を付ける方法である。なお、サンドブラスト法によれば、封止キャップの外形を蓋状にする加工と、封止キャップの内面への凹凸加工とを同時に実施出来るという利点がある。また、エッチング法は、薬品等の腐食作用により凹凸加工を施すものであるが、特に封止キャップの材質にもよるが、アルカリ性の薬品を使用することが好ましい。

【0054】次いで、封止キャップの内面に乾燥剤含有層を形成することが好ましい。この形成方法は特に限定されるものではないが、好ましい形成方法として、以下の2方法が挙げられる。

【0055】まず、一番目の形成方法は、乾燥剤と樹脂とを含む混合物を封止キャップの内面に塗布して、乾燥剤含有層を直接的に形成する方法である。この形成方法は、かかる混合物をスプレー法、スクリーン印刷法、タンポ印刷法等によって封止キャップの内面に塗布して形成する方法である。かかる形成方法によれば、比較的薄膜の乾燥剤含有層を形成することができる。

【0056】なお、この形成方法の場合、混合物を塗布後、乾燥剤含有層中の樹脂を乾燥させるとともに、加熱したり、光照射することにより硬化させることが好ましい。このように硬化させると、乾燥剤含有層を封止キャップの内面に対して強固に積層することができる。さらに、この形成方法の場合、乾燥剤含有層に光硬化性接着剤を含有させるとともに、封止キャップ等の封止剤にも光硬化性接着剤を使用し、乾燥剤含有層および封止剤の光硬化を同時に実施することにより、工程数の簡素化を図ることもできる。

【0057】また、二番目の乾燥剤含有層の形成方法は、予めシート状に形成した乾燥剤含有層を封止キャップの内面に間接的に形成する方法である。より具体的には、予め混合物を離型フィルム等の上にスクリーン印刷法等を用いて塗布した後、所定の大きさに切り取り、次いで封止キャップの内面に接着剤やビス等を用いて積層する方法である。

【0058】この形成方法によれば、一度に大きなシート状の乾燥剤含有層を作成することができるので、低コスト化を図ることができる。また、この形成方法においても、上述した形成方法と同様に、乾燥剤含有層および封止剤に光硬化性接着剤を使用し、同時に光硬化させることにより、工程数の簡素化を図ることができる。

【0059】なお、乾燥剤含有層を封止キャップの内面に積層する際に、予め加熱あるいは光照射することにより乾燥剤含有層中の樹脂を予め硬化させておくことも好ましい。このように硬化させることにより、乾燥剤含有層を積層する前の乾燥剤による吸水を有効に防止することができる。

【0060】(3) 有機EL積層体を封止する工程
有機EL積層体が形成された透明性基板と、封止キャップとの間の封止を、封止剤を用いて行うことが好ましい。具体的には、封止キャップの外周縁あるいはその周辺に接着剤を塗布した後、有機EL素子が封止キャップの内側に封入されるように、有機EL積層体が形成された透明性基板と、封止キャップとを位置決めし、接着することにより封止することが好ましい。なお、接着剤は、封止キャップ側ではなく、封止キャップが接着される透明性基板側の対応部分に塗布しても良い。また、使用する接着剤は、硬化する工程で有機EL素子を劣化させない様にするため、低温硬化可能で、且つガス透過性が小さい接着剤、例えば、エポキシ系光硬化性接着剤を使用することが好ましい。

【0061】また、封止する際、内部にできる空間に不活性物質、例えば、窒素、アルゴン、フッ素系炭化水素化合物、シリコン系化合物等の気体あるいは液体を充填することも好ましい。このように不活性物質を充填することにより、有機EL素子の長期耐湿性をさらに向上させることができる。なお、不活性物質を充填する場合には、例えば、不活性物質を密閉した室において、有機EL積層体が形成された透明性基板と、封止キャップとの間の封止を行えば良い。

【0062】

【実施例】以下、実施例にもとづいて、さらに本発明を詳細に説明する。ただし、言うまでもなく、本発明の範囲は実施例の記載に制限されるものではない。

【0063】【実施例1】

(1) 有機EL積層体の形成工程

洗浄したガラス基板の上に、陽極として酸化インジウムスズ化合物(ITO)をスパッタ法で150nmの厚さに製膜した後、フォトリソグラフィ技術を用いてパターニングした。この陽極上に、厚さ200nmの α -NPDからなる正孔輸送層、および厚さ200nmのAlq₃からなる有機発光層をそれぞれ真空蒸着法(真空度: 10^{-4} Pa以下)にて順次に製膜した。次に、陽極と交差するような開口部パターンを有するメタルマスクを用いて、有機発光層上に、マグネシウムと銀を同時に真空蒸着することにより陰極を形成した。この陰極は、膜厚比でマグネシウム:銀が10:1になるように蒸着量を制御しながら厚さが100nmになるまで真空蒸着した。

【0064】(2) 封止キャップの凹凸加工および乾燥剤含有層を形成する工程

板厚0.5mmのガラス板を、粒子径が#600のアルミナパウダーを用いてサンドブラストし、深さ約0.2mmの凹部を有する封止キャップとするとともに、封止キャップの内面に微細な凹凸加工を施した。次に、乾燥窒素中で、平均粒径約10 μ mの五酸化リンの粉末と、低温硬化型エポキシ系接着剤とを重量比3:1で均一に

混練して混合物を得た。この混合物を封止キャップ内面にスプレー法で塗布し、さらに加熱することにより、厚さ100 μ mの乾燥剤含有層を形成した。

【0065】(3) 封止キャップによる封止工程
乾燥窒素中で、封止キャップの外周縁に、エポキシ系光硬化性接着剤を封止剤として塗布し、有機EL素子が封止キャップの内側に封入されるように、有機EL積層体が形成されたガラス基板と封止キャップとを位置決めした。その後、エポキシ系光硬化性接着剤に対して紫外線を照射し、光硬化させることにより封止して、有機EL素子を得た。

【0066】(4) 有機EL素子の評価

得られた有機EL素子を、高温高湿条件(60℃、95%RH)に、500時間および1000時間それぞれ放置後、電圧駆動したものの、ダークスポットの発生は特に観察されなかった。

【0067】

【発明の効果】本発明の有機EL素子によれば、種々の乾燥剤を多量に使用することができるため、長期耐湿性に優れ、特にダークスポットの発生が少ない有機EL素子を提供することができるようになった。また、本発明の有機EL素子の好適例によれば、封止キャップの内面に凹凸加工した後、乾燥剤含有層が形成してあるため、乾燥剤含有層が封止キャップから剥離して、有機EL積層体を損傷するような不具合が発生しなくなった。

【0068】また、本発明の有機EL素子の製造方法によれば、長期耐湿性に優れた有機EL素子を効率的に製造することができるようになった。さらにまた、本発明の有機EL素子の製造方法の好適例によれば、乾燥剤含有層の形成工程と、有機EL積層体を封止する工程とを同時に実施するため、工程数を簡素化し、有機EL素子をさらに効率的に製造することができるようになった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の有機EL素子の断面図である。

【図2】本発明の有機EL素子における別例の断面図である。

【図3】本発明の有機EL素子におけるさらに別例の断面図である。

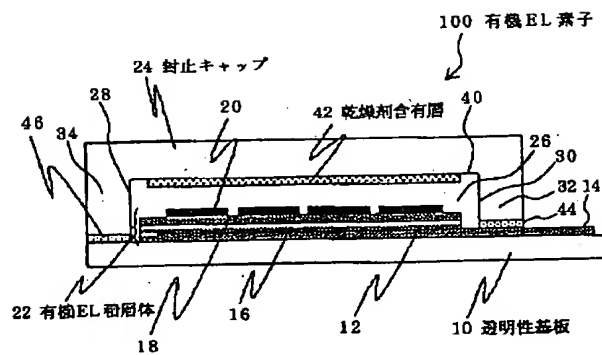
【符号の説明】

- 100, 200, 300 有機EL素子
- 10 透明性基板
- 12 陽極
- 14 陽極における接続部
- 16 正孔輸送層
- 18 有機発光層
- 20 陰極
- 22 有機エレクトロルミネセント積層体
- 24 封止キャップ
- 28, 30, 40, 50, 68 封止キャップの内面
- 42, 54, 62 乾燥剤含有層

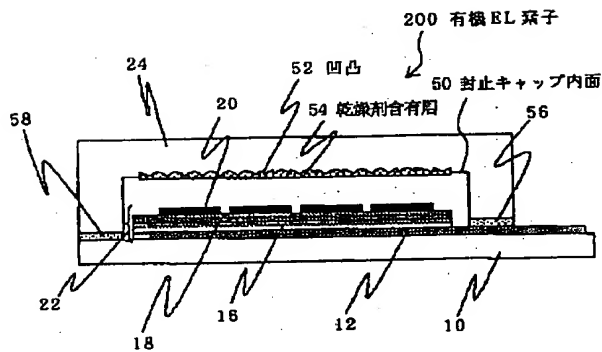
44, 46, 56, 58 封止剤 (接着剤)
60 接着剤

64, 66 光硬化性樹脂 (封止剤)

【図1】



【図2】



【図3】

